

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-222064

(43)Date of publication of application : 31.08.1993

(51)Int.Cl.

C07F 7/18

(21)Application number : 04-059022

(71)Applicant : SHIN ETSU CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 12.02.1992

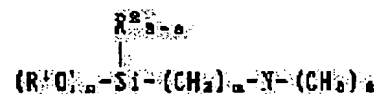
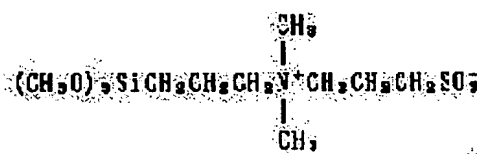
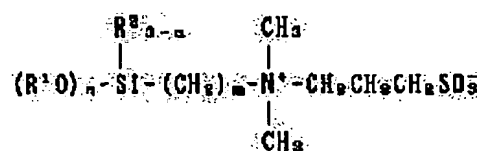
(72)Inventor : INOMATA HIROSHI
TARUMI YASURO
YAMAGUCHI HIROMASA

(54) SILICON-CONTAINING SULFOBETAINE COMPOUND AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the subject new compound useful as hydrophilic, antimicrobial and antistatic properties-providing agents.

CONSTITUTION: A compound of formula I (R1 is methyl, ethyl, isopropenyl, acetyl or methoxyethyl; R2 is methyl, ethyl, trifluoropropyl or phenyl; m is 2-5; h is 1-3), e.g. a compound of formula II. The compound of formula I is obtained by reacting an amino group-containing silane of formula III with propanesultone in an organic solvent.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 29.03.1995

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application
converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2622222

[Date of registration] 04.04.1997

[Number of appeal against examiner's decision of
rejection][Date of requesting appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of extinction of right] 04.04.2000

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-222064

(43)公開日 平成5年(1993)8月31日

(51)Int.Cl.⁵

C 0 7 F 7/18

識別記号

庁内整理番号

Q 8018-4H

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平4-59022

(22)出願日 平成4年(1992)2月12日

(71)出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72)発明者 猪俣 博

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10

信越化学工業株式会社シリコン電子材料
技術研究所内

(72)発明者 樽見 康郎

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10

信越化学工業株式会社シリコン電子材料
技術研究所内

(74)代理人 弁理士 山本 亮一 (外1名)

最終頁に続く

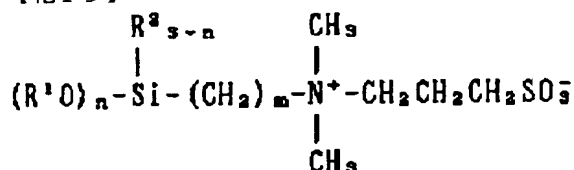
(54)【発明の名称】 含けい素スルホベタイン化合物およびその製造方法

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 本発明は親水性、抗菌性、帯電防止性付与剤として有用とされる文献未載の新規な含けい素スルホベタイン化合物およびその製造方法の提供を目的とするものである。

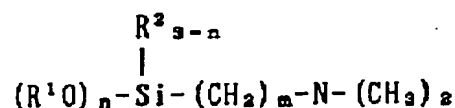
【構成】 本発明の含けい素スルホベタイン化合物は、式

【化13】



(R¹はメチル基、エチル基、イソプロペニル基、アセチル基、メトキシエチル基、R²はメチル基、エチル基、トリフルオロプロピル基、フェニル基、mは2、3、4または5、nは1、2または3)で示されるものであり、この製造方法は式

【化14】



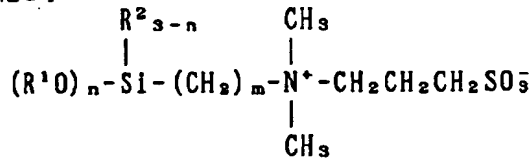
(R¹、R²、m、nは上記に同じ)で示されるアミノ基含有シランとプロパンスルホンとを有機溶媒中で反応させてなることを特徴とするものである。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】式

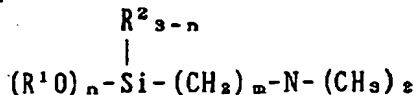
【化1】



(ここにR¹はメチル基、エチル基、イソプロピル基、アセチル基、メトキシエチル基、R²はメチル基、エチル基、トリフルオロプロピル基、フェニル基、mは2、3、4または5、nは1、2または3)で示される含けい素スルホベタイン化合物。

【請求項2】式

【化2】



(ここにR¹はメチル基、エチル基、イソプロピル基、アセチル基、メトキシエチル基、R²はメチル基、エチル基、トリフルオロプロピル基、フェニル基、mは2、3、4または5、nは1、2または3)で示されるアミノ基含有シランとプロパンスルホンとを有機溶媒中で反応させてなることを特徴とする含けい素スルホベタイン化合物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

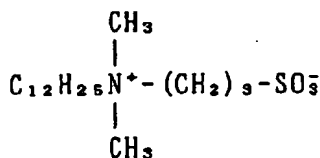
【0001】

【産業上の利用分野】本発明は文献未載の新規な含けい素スルホベタイン化合物、特に各種表面に親水性を付与するCFシランや界面活性剤の中間原料として有用とされる含けい素スルホベタイン化合物およびその製造方法に関するものである。

【0002】

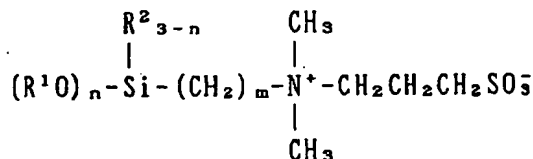
【従来の技術】スルホベタイン基(≡N⁺CH₂CH₂CH₂SO₃⁻)を含有する化合物としては

【化3】



40

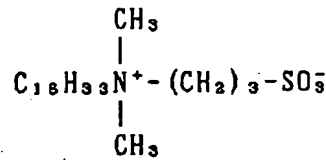
*



2

* (CAS Registry No. [14933-08-5])、および

【化4】

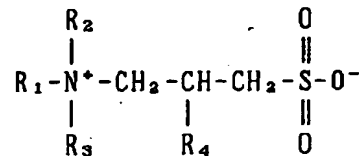


(CAS Registry No. [2281-11-0])などが J. Am. Oil Chem. Soc., 50, 509-512 (1973)に開示されており、このようなスルホベタイン化合物は界面活性剤として工業的に幅広く利用されてきている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】また、このスルホベタイン化合物については式

【化5】



(ここにR¹はアルキル基、R²、R³はメチル基、2-ヒドロキシエチル基または2-ヒドロキシプロピル基、R⁴はHまたはOH基)で示されるものが耐アルカリ性スルホベタイン両性界面活性剤として提案されており(特開昭61-260055号公報参照)、このものはガラス洗浄剤兼防曇剤や消毒洗浄剤の成分として用いられているが、これをガラス洗浄剤兼防曇剤として用いる場合、この化合物は流水や雨水などで洗い流されるとその効果が失われていくという欠点がある。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明はこのような不利を解決した新規な含けい素スルホベタイン化合物およびその製造方法に関するものであり、これは式

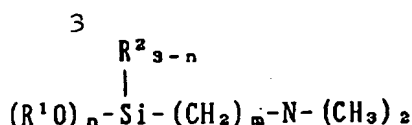
【化6】

..... (1)

(ここにR¹はメチル基、エチル基、イソプロピル基、アセチル基、メトキシエチル基、R²はメチル基、エチル基、トリフルオロプロピル基、フェニル基、mは2、

※ 3、4または5、nは1、2または3)で示される含けい素スルホベタイン化合物、および式

【化7】



(R, m, n は上記に同じ) で示されるアミノ基含有シランとプロパンスルトンとを有機溶媒中で反応させてなることを特徴とする含けい素スルホベタイン化合物の製造方法を要旨とするものである。

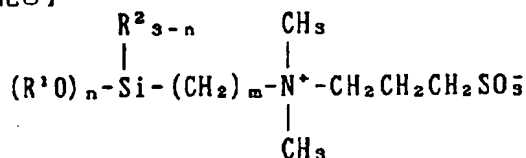
【0005】すなわち、本発明者らはスルホベタイン化合物について種々検討した結果、上記した一般式(2)で示されるアミノ基含有シランをプロパンスルトンと反応させて得られる一般式(1)で示される含けい素スルホベタイン化合物は分子鎖末端に加水分解性を有するアルコキシシリル基を有しているのをこれを単独で、あるいは他のシランと加水分解を行なうとシロキサン重合体に導くことができるし、このものを布やガラスなどの表面に固定すれば、スルホベタイン基の有する性質を付与することができるので、親水性、抗菌性、静電防止性などの向上が期待できることを見出して本発明を完成させた。以下にこれをさらに詳述する。

【0006】

【作用】本発明は含けい素スルホベタイン化合物およびその製造方法に関するもので、この含けい素スルホベタイン化合物は前記した一般式(1)で示されるものであるが、これは文献未載の新規物質であり、このものはこれを布やガラスの表面に固定するとこれに親水性、抗菌性、帯電防止性などの物性を付与させることができるというものであるが、このものは前記した一般式(2)で示されるアミノ基含有シランにプロパンスルトンを有機溶媒中で反応させることによって容易に製造することができる。

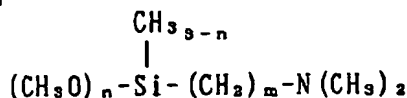
【0007】本発明の含けい素スルホベタイン化合物は前記した一般式(1)

【化8】



で示され、このR¹、R²がメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などの低級アルキル基であり、m が2、3、4、5、n が1、2、3であるものである文献未載の新規物質であるが、この含けい素スルホベタイン化合物については下記式のものが例示される。

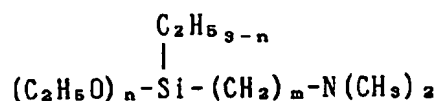
【化9】



【化10】

4

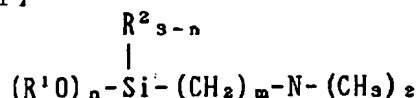
.... (2)



【0008】この一般式(1)で示される含けい素スルホベタイン化合物はその分子鎖末端に加水分解性を有するアルコキシシリル基を有しているのを、これを単独で、あるいは他のシラン、例えばジメチルジメトキシシラン、メチルトリメトキシシランなどと加水分解すると、シロキサン重合体とすることができし、このものはこれを布やガラスの表面に固定すればこれにスルホベタイン基の有する性質、例えば親水性、抗菌性、耐電防止性を与えることができる。

【0009】上記した本発明の含けい素スルホベタイン化合物は前記した一般式(2)

【化11】



で示され、このR¹はメチル基、エチル基、イソプロピル基、アセチル基、メトキシエチル基、R²はメチル基、エチル基、トリフルオロプロピル基、フェニル基、m は2、3、4、5、n は1、2、3であるアミノ基含有シラン、例えばトリメトキシシランとN,N-ジメチルアリルアミンとの付加反応で得られるN,N-ジメチル-3-(トリメトキシシリル)-1-プロピルアミンとプロパンスルトンとを有機溶媒中で反応させることによって製造することができる。

【0010】この含けい素スルホベタイン化合物を製造する際の反応は、アミノ基含有シランを有機溶媒中に溶解し、その溶液中に溶解したプロパンスルトンを滴下するという方法で行えばよいが、この反応はガスクロマトグラフィーによって追跡することができ、原料の消失によって反応の完結したことを知ることができる。なお、このようにして得られた生成物はこれから溶媒を留去したのち、反応に使用した溶媒、もしくはそれとは異なる種類の溶媒を用いて洗浄し、乾燥することによって精製することができる。

【0011】この反応に用いられるアミノ基含有シランとプロパンスルトンとの反応モル比は理想的には1:1とされ、通常は0.5:1から2:1の範囲とすればよいが、好ましくは0.9:1~1.1:1の範囲とすることがよい。また、この反応温度は20℃~70℃の範囲、好ましくは45℃~55℃の範囲とすればよい。

【0012】この反応におけるプロパンスルトンの滴下速度は反応基質の量にもよるが、この反応が発熱反応であることから滴下によって望ましい反応温度を超えることがないようにすることがよい。なお、この滴下後の反

5

応温度は20℃～120℃の範囲、好ましくは75℃～85℃の範囲とされるが、滴下後の反応時間は30分から12時間の範囲とすればよい。

【0013】また、この反応は上記したように有機溶媒中で行なわれるが、この有機溶媒はそれぞれの反応基質をよく溶解するもので、反応基質に対して不活性であるものとすればよい。この有機溶媒としてはベンゼン、トルエン、キシレンなどの炭化水素系溶媒、ジクロロメタン、クロロホルム、四塩化炭素、1, 2-ジクロロエタン、1, 1, 1-トリクロロエタン、1, 1, 2-トリクロロエタン、1, 1, 2, 2-テトラクロロエタン、トリクロロトリフルオロエタン、テトラクロロジフルオロエタンなどのハロゲン化炭化水素系溶媒などが例示されるが、これらの中ではトルエン、1, 2-ジクロロエタンが好ましいものとされる。

【0014】

【実施例】つぎに本発明の実施例をあげる。

実施例

200ml三つ口フラスコに、N,N-ジメチル-3-(トリメトキシシリル)-1-プロピルアミン(構造式: $(\text{CH}_3)_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}(\text{CH}_3)_2$) 20.7g (99.8ミリモル) 及び、1, 2-ジクロロエタン 75ml を加えた。このフラスコ上部に冷却管をつけ、油浴下、マグネティックスターラーで激しく攪拌しながら、50℃以下で、溶融したプロパンスルトン 12.2g (99.9ミリモル) を約20分間かけて滴下した。

【0015】滴下終了後、溶液を約3時間加熱還流した。ガスクロマトグラフィーで、原料が消失したことを確認したのち、反応液の溶媒を留去したところ、白色固体が得られたのでこの白色固体を1, 2-ジクロロエタンで洗浄後、減圧乾燥したところ、白色粉末状物質 31.0g (収率95.2%) が得られたが、この物質は潮解性を有していた。

【0016】ついで、この生成物を分析したところ、その H-NMR 値、IR、元素分析値についてつぎのとおりの結果が得られた。

6

1) H-NMR (CD_3OD 溶液、TMS 標準、ppm)

0.1 (t, 2H, $\equiv\text{SiCH}_2$)

1.5 (m, 4H, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-$)

2.6 (m, 6H, $-\text{CH}_2\text{N}\equiv$, $-\text{CH}_2\text{SO}_3$)

2.8 (s, 6H, $-\text{N}-(\text{CH}_3)_2$)

2.9 (s, 9H, $-\text{Si}-(\text{OCH}_3)_3$)

2) IR (Nujol 法) 図 1、2

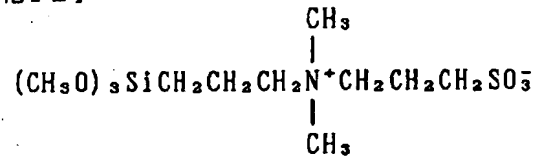
3) 元素分析

Calcd. C:40.09 H:8.27 N:4.25 S:9.73 Si:8.52

Found C:40.18 H:8.45 N:4.08 S:9.65 Si:8.41

なお、この分析データよりこの反応生成物は式

【化12】



で示される含けい素スルホベタイン化合物であることが確認された。

【0017】

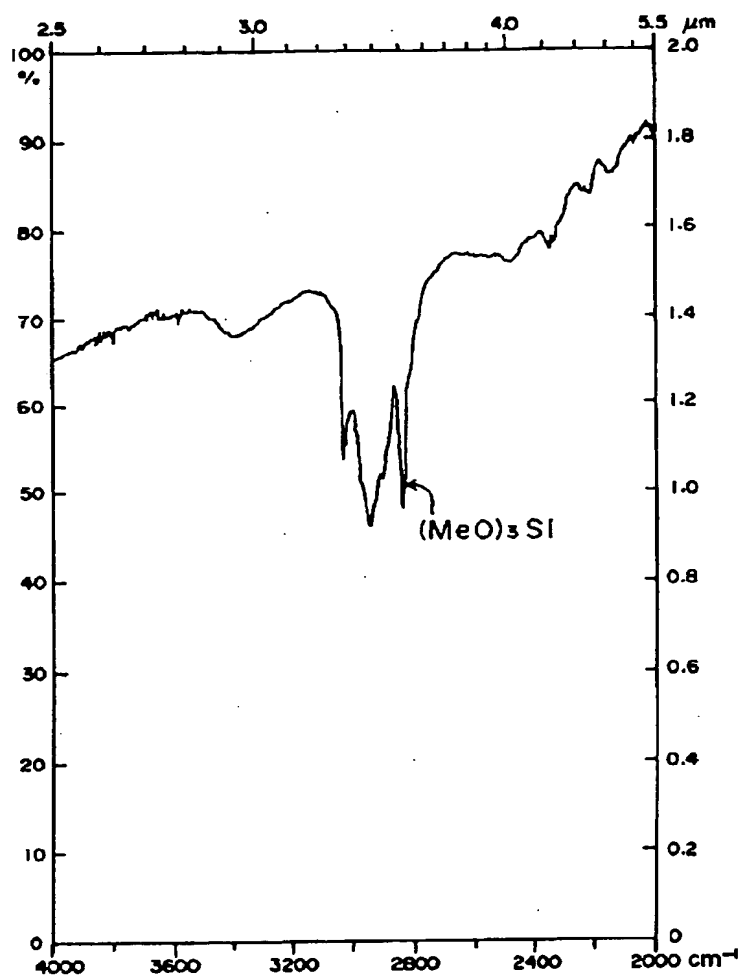
【発明の効果】本発明は含けい素スルホベタイン化合物およびその製造方法に関するもので、前記したようにこの化合物は前記一般式(1) 示されるものであり、この製造方法は前記した一般式(2) で示されるアミノ基含有シランとプロパンスルトンとを有機溶媒中で反応させてなることを特徴とするものであるが、この含けい素スルホベタイン化合物は親水性、抗菌性、帯電防止性付与剤として有用とされる文献未載の新規物質であり、このものは上記した方法で、工業的に容易に製造することができる。

【図面の簡単な説明】

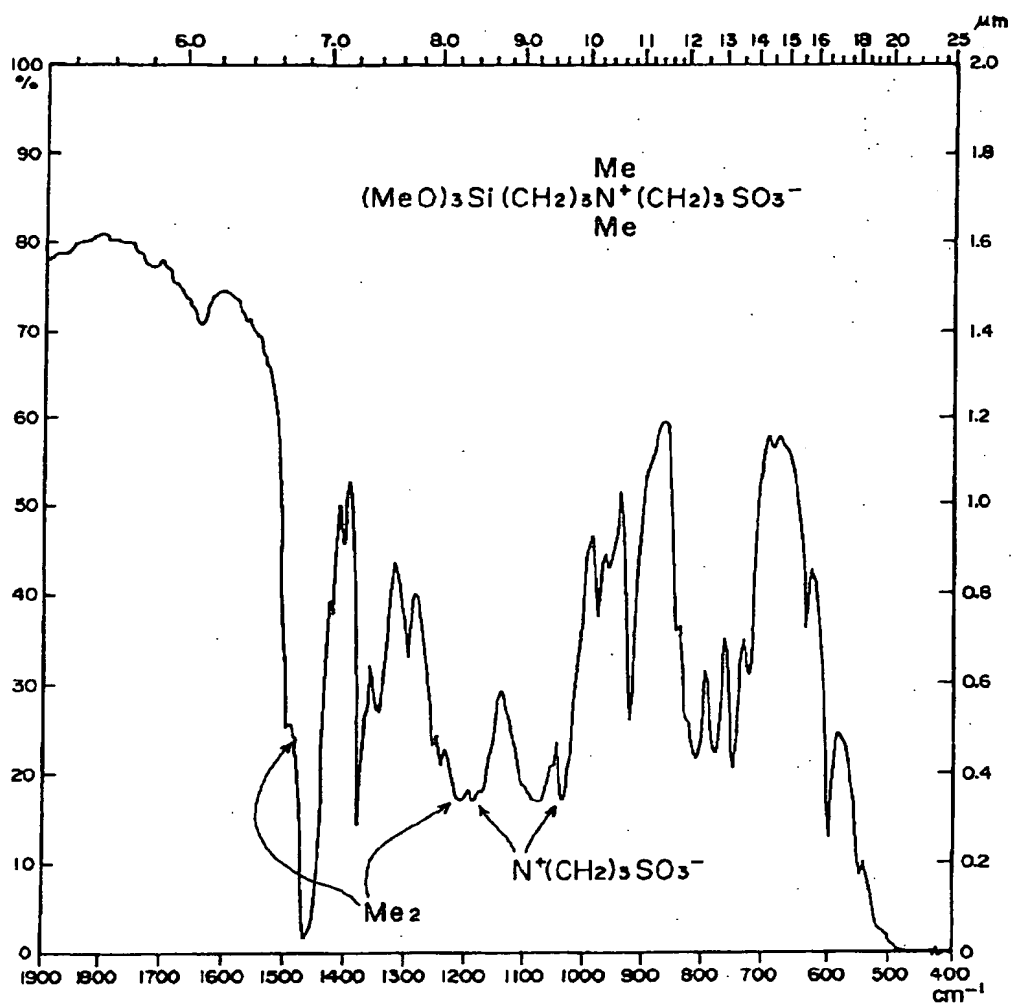
【図1】本発明の実施例で得られた含けい素スルホベタイン化合物のIR図を示したものである。

【図2】本発明の実施例で得られた含けい素スルホベタイン化合物のIR図を示したものである。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 山口 博正
群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10
信越化学工業株式会社シリコン電子材料
技術研究所内